

(19) C2 (11) 44575 (13) UA

(98) вул.І.Кудрі, 9, кв.50, м.Київ, 01042

(85) null

(74) null

(45) [2002-02-15, 2004-04-15]

(43) null

(24) 2004-04-15

(22) 2001-05-31

(12) Патент України (на 20 р.)

(21) 2001053689

(46) 2002-02-15

(86)

(30)

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ МАГНІТНИХ МАТЕРІАЛІВ УСТРОЙСТВО ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОЙСТВ МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ DEVICE FOR DETERMINING PROPERTIES OF MAGNETIC MATERIALS

(56) Калинин В.Т., Ракитин Ю.В. Введение в магнетохимию. Метод статической магнитной восприимчивости в химии. - Москва.: Наука, 1980. - С.53-57. 3 SU 1781650 A1, 15.12.1992 1 SU 1803893 A1, 23.03.1993 1 RU 2076332 C1, 27.03.1997 1

(71) 05417213 UA ІНСТИТУТ ФІЗИЧНОЇ ХІМІЇ ІМ. Л.В. ПИСАРЖЕВСЬКОГО НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ
И 05417213 UA ИНСТИТУТ ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ ИМ. Л.В. ПИСАРЖЕВСКОГО НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК УКРАИНЫ 05
417213 UA PYSARZHEVSKYI INSTITUTE OF PHYSICAL CHEMISTRY OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF UKR

AINE UA Гребенніков Володимир Миколайович UA Гребенников Владимир Николаевич UA Hrebennikov Volodymyr

r Mukhialovych UA Манорик Петро Андрійович UA Манорик Петр Андреевич UA Manoryk Petro Andriovych UA

ШУЛЬЖЕНКО ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ UA Шульженко Александр Васильевич UA Shulzhenko Oleksandr Vasyliovych

(72) UA Гребенніков Володимир Миколайович UA Гребенников Владимир Николаевич UA Hrebennikov Volodymyr Mukhialovych UA Манорик Петро Андрійович UA Манорик Петр Андреевич UA Manoryk Petro Andriovych UA ШУЛЬЖЕНКО ОЛЕКСАНДР

ВАСИЛЬОВИЧ UA Шульженко Александр Васильевич UA Shulzhenko Oleksandr Vasyliovych UA Павлюков Анатолій Олекса

ндрович UA Павлюков Анатолій Олександрович UA Павлюков Анатолій Олександрович UA Мельник Генріх Пантелійович U

А Мельник Генріх Пантелійович UA Мельник Генріх Пантелійович UA ФЕДОРЕНКО МАЙЯ АЛЬБЕРТІВНА UA Федоренко Майя А

льбертовна UA Fedorenko Maia Albertivna UA Тверсков Олександр Юрійович UA Тверсков Олександр Юрійович UA Тверс

ков Олександр Юрійович UA Бабенко Іван Іванович UA Бабенко Іван Іванович UA Бабенко Іван Іванович UA Демешко С

ергій Вікторович UA Демешко Сергій Вікторович UA Демешко Сергій Вікторович

(73) 05417213 UA ІНСТИТУТ ФІЗИЧНОЇ ХІМІЇ ІМ. Л.В. ПИСАРЖЕВСЬКОГО НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

И 05417213 UA ИНСТИТУТ ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ ИМ. Л.В. ПИСАРЖЕВСКОГО НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК УКРАИНЫ 05
417213 UA PYSARZHEVSKYI INSTITUTE OF PHYSICAL CHEMISTRY OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF UKR

AINE UA Гребенніков Володимир Миколайович UA Гребенников Владимир Николаевич UA Hrebennikov Volodymyr

r Mukhialovych UA Манорик Петро Андрійович UA Манорик Петр Андреевич UA Manoryk Petro Andriovych UA

ШУЛЬЖЕНКО ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ UA Шульженко Александр Васильевич UA Shulzhenko Oleksandr Vasyliovych

Устройство для определения свойств магнитных материалов имеет магнит с межполюсным зазором, профильные наконечники, закрепленные на полюсах магнита, испытательную камеру, расположенную в рабочем положении между профильными наконечниками, систему термостатирования камеры, носитель с фиксатором исследуемого образца, расположенный в камере симметрично профильным наконечникам, преобразователь силы взаимодействия образца с магнитным полем в измеряемую величину и приспособление для измерения этой величины. Преобразователь силы взаимодействия образца с магнитным полем в измеряемую величину выполнен в виде автогенератора колебаний с пьезоэлектрической стабилизацией. Носитель образца выполнен в виде пьезоэлектрического резонатора, включенного в схему автогенератора как элемент задающий частоту, и фиксатор образца расположен на свободной поверхности пьезоэлектрического резонатора.

Пристрій для визначення властивостей магнітних матеріалів, що має магніт із міжполюсним зазором, профільні наконечники, які закріплені на полюсах магніту, випробувальну камеру, яка розташована в робочому положенні між профільними наконечниками, систему термостатування камери, носій із фіксатором досліджуваного зразка, який розташований у камері симетрично профільним наконечникам, перетворювач сили взаємодії зразка з магнітним полем у величину, що вимірюють, і засіб виміру цієї величини. Перетворювач сили взаємодії зразка з магнітним полем у величину, що вимірюють, виконано у вигляді автогенератора коливань з п'єзоелектричною стабілізацією. Носій зразка виконано у вигляді п'єзоелектричного резонатора, який включено до схеми автогенератора як елемент, що задає частоту, а фіксатор зразка розташований на вільній поверхні п'єзоелектричного резонатора.

A device for the magnetic materials properties determination has a magnet with a gap between its poles, the profile tips, fixed at the magnet poles, a test chamber, which, while in operation, is disposed between the profile tips, the chamber thermostatic system, a carrier with the clamp of the sample under test, which is disposed in the chamber in symmetry to the profile tips, a sample interaction with the magnetic field force transducer into a value to be measured, and a means to measure the value. The sample interaction with the magnetic field force transducer into the measured value is made as self exciting vibration generator with piezoelectric stabilization. The sample carrier is made as resonator to set frequency of the self exciting generator and as a part of it, and the sample clamp is disposed on the free surface of the piezoelectric resonator.

1. Пристрій для визначення властивостей магнітних матеріалів, що має магніт із міжполюсним зазором, профільні наконечники, які закріплені на полюсах магніту, випробувальну камеру, яка розташована в робочому положенні між профільними наконечниками, систему термостатування камери, носій із фіксатором досліджуваного зразка, який розташований у камері симетрично профільним наконечникам, перетворювач сили взаємодії зразка з магнітним полем у величину, що вимірюють, і засіб виміру цієї величини, який **відрізняється** тим, що перетворювач сили взаємодії зразка з магнітним полем у величину, що вимірюють, виконано у вигляді автогенератора коливань з п'єзоелектричною стабілізацією, носій зразка виконано у вигляді п'єзоелектричного резонатора, який включено до схеми автогенератора як елемент, що задає частоту, і фіксатор зразка розташований на вільній поверхні п'єзоелектричного резонатора.
2. Пристрій за п. 1, який **відрізняється** тим, що носій зразка виконано у вигляді високочастотного п'єзокварцового резонатора АТ-зрізу з коливаннями зсуву по товщині.
3. Пристрій за п.1 або 2, який **відрізняється** тим, що фіксатор зразка виконано у вигляді клейкого шару, який розташований щонайменше на одній із вільних поверхонь п'єзоелектричного резонатора в області концентрації його коливальної енергії.
4. Пристрій за п.1, який **відрізняється** тим, що він обладнаний механізмом переміщення випробувальної камери відносно магнітного поля.
5. Пристрій за п.1, який **відрізняється** тим, що випробувальна камера виступає за межі міжполюсного зазору.
6. Пристрій за п.1 або 5, який **відрізняється** тим, що він додатково обладнаний другим, опорним, автогенератором коливань і формувачем сигналу різницевої частоти, п'єзоелектричний резонатор з фіксатором, який включений до схеми опорного автогенератора, розташований у випробувальній камері за межами міжполюсного зазору, автогенератори зв'язані між собою за диференційною схемою через формувач сигналу різницевої частоти і формувач сигналу різницевої частоти зв'язаний із засобом виміру.
7. Пристрій за п.1 або 5, або 6, який **відрізняється** тим, що він додатково обладнаний третім автогенератором коливань і комутатором, п'єзоелектричний резонатор з фіксатором зразка, який включений у схему цього автогенератора, розташований у випробувальній камері за межами міжполюсного зазору і кожний з автогенераторів зв'язаний за диференційною схемою з опорним автогенератором через комутатор.

Винахід відноситься до конструкції пристроїв для визначення переважно питомих магнітних властивостей переважно феромагнітних матеріалів, що мають вигляд мікропорошків з розмірами часток в інтервалі від декількох десятків до десятків часток мікрметра.

Такі пристрої можуть бути використані:

у лабораторіях підприємств-виробників постійних високоенергетичних магнітів для технічного контролю якості сировини й

у матеріалознавчих фізичних або хімічних науково-дослідних лабораторіях, які зайняті розробкою нових магнітних матеріалів і прогнозом змін з часом їх властивостей при зберіганні або використанні за різних умов.

Необхідність в оцінці питомих магнітних властивостей мікропорошків феромагнетиків обумовлена наступним.

У останні десятиліття рідкоземельні елементи усе частіше використовують у виробництві постійних магнітів як компоненти, що істотно поліпшують енергетичні показники феромагнетиків.

Постійні магніти з рідкоземельними елементами переважно одержують або холодним пресуванням мікропорошків феромагнітних сплавів, або пресуванням і спіканням таких мікропорошків у присутності рідкої фази [див., наприклад, А. А. Преображенский. Магнитные материалы и элементы. М.: Высшая школа. 1986. - с. 196].

Гранично високі енергетичні характеристики таких постійних магнітів багато в чому визначаються якістю вихідних мікропорошків феромагнетиків, які завдяки великій питомій поверхні і вмісту реакційноздатних рідкоземельних елементів мають надзвичайно високу хімічну і корозійну активність. Тому вихідні тонкодисперсні магнітні сплави, які здатні бути основою сильних феромагнетиків можуть (із зміною маси) переходити в окисли або солі відповідних металів, для яких характерний слабкий феромагнетизм.

Таким чином, використання для виготовлення постійних магнітів однієї і тієї ж порції мікропорошку феромагнетика без попередньої оцінки його питомих магнітних властивостей не гарантує високої якості магніту.

Стосовно до мікропорошків феромагнетиків технічні засоби визначення їх питомих магнітних властивостей повинні забезпечувати:

можливість роботи з невеликими (менше $1 \cdot 10^{-4}$ г, переважно менше $1 \cdot 10^{-6}$ г) зразками мікропорошків феромагнетиків, тому що для них у процесі вимірів легше забезпечити однакові умови (ізодинамічність фізичних полів, що впливають, сталість температури, відносно вільний доступ агентів до поверхні часток порошку і т.д.);

високу чутливість і точність вимірів питомих магнітних властивостей таких мізерних мас мікропорошків феромагнетиків, особливо при впливі на них різних агентів.

Крім того, такі засоби повинні бути загальнодоступні і прості за конструкцією, а визначення з їхньою допомогою питомих магнітних характеристик мікропорошків феромагнетиків - просте і економічне.

Очевидно, що ізодинамічність фізичних полів, що впливають на досліджувані зразки мікропорошків, і вільний доступ агентів до поверхні таких тонкодисперсних часток легше забезпечити, якщо ці мікропорошки представлені у вигляді тонкого шару з максимальними повітряними проміжками між частками або у вигляді окремо взятих часток.

Відомі ж пристрої для визначення властивостей магнітних матеріалів із-за конструктивних особливостей і недостатньої чутливості дозволяють досліджувати лише такі зразки феромагнетиків, які отримані пресуванням мікропорошків до високого ступеня щільності.

Наприклад, для визначення магнітних властивостей спресованих з порошку феромагнітних зразків використовують пристрої, що звичайно мають намагнічуючий блок, носій досліджуваного зразка, перетворювач сили взаємодії зразка з магнітним полем у величину, що вимірюють, і засіб виміру цієї величини [SU 748306A1, SU 1781650 A1, SU 1798746 A1, SU 1803893 A1, RU Patent 2005311 C1 і багато інших].

Надійність таких засобів вимірів магнітних характеристик (і відбракування зразків за результатами вимірів) обумовили їхнє широке застосування.

Однак такі пристрої досить складні за конструкцією. Крім того, за отриманими з їх допомогою даними про магнітні характеристики спресованих зразків можна лише опосередковано судити про вплив на результати вимірів якості вихідних мікропорошків феромагнетиків, тому що на ці результати істотно впливають такі (часто суб'єктивні) чинники, як тиск і тривалість пресування порошку, температура і тривалість спікання отриманих зразків (для спечених магнітів) і т. д.

Найближчим за технічною суттю до запропонованого є пристрій для виміру питомих магнітних властивостей магнетиків [див. Калинин В. Т., Ракитин Ю. В. Введение в магнетохимию. Метод статической магнитной восприимчивости в химии. М.: Наука. 1980. - с. 53 – 57].

Цей пристрій має:

електромагніт з міжполюсним зазором;

закріплені на полюсах цього магніту профільні наконечники;

випробувальну камеру, що розташована в робочому положенні між профільними наконечниками;

систему термостатування камери;

носій із фіксатором досліджуваного зразка, що розташований у камері симетрично профільним наконечникам;

зв'язаний із носієм перетворювач сили взаємодії зразка з магнітним полем у величину, що вимірюють, і засіб виміру цієї величини.

Випробувальна камера має вид герметичної захисної трубки. Носій виконаний у вигляді кварцової

нитки, а зв'язаний із носієм фіксатор зразка для досліджень являє собою тефлонову чашечку. Система термостатування випробувальної камери(захисної трубки) у відомому пристрої має:

судину Дьюара для охолодження захисної трубки із зразком(при роботі в області температур нижче кімнатної);

піч у вигляді кварцової трубки з нагрівальним елементом, що вдягають на захисну трубку(при роботі в області температур вище кімнатної);

засоби виміру температури у виді термопари і цифрового вольтметра.

Щоб уникнути конденсації вологи на зразку при знижених температурах у відомому пристрої передбачена вакуумно-напускна система.

Перетворювачем сили, що діє на зразок у магнітному полі, служить електродинамічна система і двох взаємно перпендикулярних котушок, одна з яких з'єднана з коромислом мікровага, на якому прикріплений носій зразка, а інша - генераторна - розташована усередині коромислової котушки на циліндричному постійному магніті.

У робочому положенні тефлонову чашечку з досліджуваним зразком феромагнетика(у вигляді таблетки металевого порошку) підвішують у випробувальній камері симетрично профільним наконечникам у центрі області ізодинамічності неоднорідного магнітного поля. Завдяки фасонному профілю наконечників ця область ізодинамічності уздовж(але не поперек) його градієнту має протяжність біля 10мм. Тому тільки на ту частину таблетки(але не на всю таблетку) феромагнетика, що потрапляє в межі області ізодинамічності поля, діє однакова сила.

При виключеному електромагніті мікроваги вимірюють вихідну масу досліджуваного зразка магнетика без впливу на нього неоднорідного магнітного поля. При відхиленні коромисла від горизонтального положення, яке викликане взаємодією зразка з неоднорідним магнітним полем(при включеному електромагніті), перпендикулярність котушок порушується і на виході балансової схеми блока керування виникає сигнал. Після перетворення сигнал надходить у коромислову котушку як постійний струм. У результаті взаємодії струму котушки з полем постійного магніту створюється обертаючий момент, що повертає коромисло в горизонтальне положення. Кожному значенню маси, що викликає відхилення коромисла, відповідає певна сила струму. Показання засобу виміру - гальванометра, який включено в ланцюг коромислової котушки, - градуюють в одиницях маси.

Відомий пристрій дозволяє досліджувати спресовані зразки порошків магнетиків, однак він не пристосований для роботи з тонкими шарами порошку магнетика і тим більше - для роботи з окремо узятими частинками мікропорошка, маса котрих набагато(на декілька порядків) менша за ту, що гранично реєструють відомим пристроєм(мікрограмм). Так, наприклад, маса круглого(діаметром біля 5мм) шару феромагнетика з тонкодисперсних часток розміром менше 1км складає біля $1 \cdot 10^{-6}$ г, а маса окремих часток порошку навіть набагато більш крупної фракції(біля 60мкм у діаметрі) сягає $1 \cdot 10^{-7}$ г.

Очевидно також, що вимірювання за допомогою відомого пристрою таких тонких ефектів, як часткове окиснення порошку або його корозія, що супроводжуються ще меншими за величиною змінами початкової маси частинок феромагнетика, не уявляється можливим, оскільки вимірювання ефектів взаємодії з полем навіть порівняно великих за масою зразків феромагнетиків вимагає досить великих(біля 10кЕ) напруженостей магнітних полів, що досягається пропусканням через котушки електромагніта великих(приблизно 10А) струмів.

Суть винаходу

У основу винаходу покладена задача шляхом удосконалення конструкції пристрою, особливо таких його частин, як носій зразка, його фіксатор і перетворювач сили взаємодії зразка з магнітним полем, і взаємозв'язку цих частин створити такий пристрій для визначення переважно питомих властивостей магнітних матеріалів, який забезпечував би підвищення чутливості і точності вимірів при роботі, щонайменше, з одиницями мікрограмм магнетиків і дозволяв би на тлі зниження споживаної потужності реєструвати тонкі ефекти змін у часі магнітних властивостей таких зразків магнетиків, що обумовлені незначними змінами їхньої початкової маси.

Поставлена задача вирішена тим, що в пристрої для визначення властивостей магнітних матеріалів, що має магніт із міжполюсним зазором, профільні наконечники, які закріплені на полюсах магніту, випробувальну камеру, яка розташована в робочому положенні між профільними наконечниками, систему термостатування камери, носій із фіксатором досліджуваного зразка, який розташований у камері симетрично профільним наконечникам, перетворювач сили взаємодії зразка з магнітним полем у величину, що вимірюють, і засіб виміру цієї величини, відповідно до винаходу, перетворювач сили взаємодії зразка з магнітним полем у величину, що вимірюють, виконано у вигляді автогенератора коливачів з п'єзоелектричною стабілізацією, носій зразка виконано у вигляді п'єзоелектричного резонатора, який включено до схеми автогенератора в якості елемента, що задає частоту, і фіксатор зразка розташований на вільній поверхні п'єзоелектричного резонатора.

Таке виконання пристрою в сполученні з новим взаєморозташуванням і функціональним призначенням окремих його складових відповідно до винаходу сприяє істотному підвищенню чутливості пристрою для визначення властивостей магнітних матеріалів, спрощує його конструкцію і знижує потужність, що споживається.

Дійсно, автогенератори коливачів з п'єзоелектричною стабілізацією звичайно використовують в електронних схемах у якості джерела стабільних частот, а режим коливачів у таких генераторах підтримують на частоті, яка є близькою до частоти п'єзоелектричного резонатора, як елемента, що задає частоту. Для зберігання стабільності частоти такі п'єзоелектричні резонатори використовують в електронних схемах у герметичному виконанні, бо п'єзоелемент із нанесеними на його поверхню

електродами, надзвичайно чутливий до різного роду випадкових домішок на поверхні. Як було показано раніше [Sauerbrey G. Verwendung von Schwingquarzen zur Waagung dunner Schichten und zur Mikrowagung.- "Ztschr. für Physik", 1959, Bd 155, S. 206-222], зміна вихідної частоти п'єзоелектричного резонатора прямо пропорційна масі осілих на поверхні п'єзоелемента домішок. На практиці цю залежність широко використовують у виробництві п'єзоелектричних резонаторів для їх тонкого доведення до необхідних значень частот шляхом збільшення або зменшення маси електродів, що наносяться на поверхню п'єзоелемента [см., наприклад, Л. И. Глюкман. Пьезоэлектрические кварцевые резонаторы. Л.: "Энергия". 1969. - с. 158].

Відповідно ж до винаходу, автогенератор коливань з п'єзоелектричною стабілізацією виконує роль перетворювача сили взаємодії зразка з магнітним полем у величину, що вимірюють, а включений у схему автогенератора п'єзоелектричний резонатор виконує роль носія зразка. П'єзоелектричний резонатор виконано без герметичної захисної оболонки, з можливістю вільного доступу до його поверхні, а фіксатор досліджуваного зразка розташований на вільній поверхні п'єзоелектричного резонатора. Що ж стосується можливості вимірювання маси зразка(при відсутності магнітного поля), той це вимірювання має суто допоміжний характер і служить лише етапом у визначенні питомих властивостей магнетиків.

Таким чином, будь-які зміни сили взаємодії зразка з магнітним полем, які обумовлені змінами початкової маси зразка і змінами його магнітних характеристик, модулюють власну частоту або втрати п'єзоелектричного резонатора, що призводить до частотної або амплітудної модуляції вихідного сигналу автогенератора.

Перша додаткова відмінність полягає в тому, що носій зразка виконано у вигляді високочастотного п'єзокварцового резонатора АТ-зрізу з коливаннями зсуву по товщині. Тим самим досягається висока чутливість($1 \cdot 10^{-8}$ - $1 \cdot 10^{-9}$ г) пристрою до змін сили взаємодії зразка з магнітним полем на тлі низької(біля 10Вт) потужності, що споживається, і практично цілком виключається вплив температури на результати вимірювань.

Друга додаткова відмінність полягає в тому, що фіксатор зразка виконано у вигляді клейкого шару, який розташований щонайменше на одній із вільних поверхонь п'єзоелектричного резонатора в області концентрації його коливальної енергії. Це забезпечує ще більшу(аж до $1 \cdot 10^{-10}$ г) чутливість пристрою до зміни сили взаємодії зразка з магнітним полем і спрощує фіксацію зразка на поверхні п'єзоелектричного резонатора.

Третя додаткова відмінність полягає в тому, що пристрій обладнаний механізмом переміщення випробувальної камери відносно магнітного поля. Це полегшує точну установку носія зразка в магнітному полі і забезпечує потрібну орієнтацію носія зі зразком відносно магнітного поля.

Четверта додаткова відмінність полягає в тому, що випробувальна камера виступає за межі міжполюсного зазору. Тим самим частину випробувальної камери виводять з-під впливу магнітного поля.

П'ята додаткова відмінність полягає в тому, що пристрій додатково обладнаний другим, опорним автогенератором коливань і формувачем сигналу різницевої частоти, п'єзоелектричний резонатор із фіксатором, який включений до схеми опорного автогенератора, розташований у випробувальній камері за межами міжполюсного зазору, автогенератори зв'язані між собою за диференційною схемою через формувач сигналу різницевої частоти і формувач сигналу різницевої частоти зв'язаний із засобом виміру. Це дозволяє практично цілком виключити вплив на результати вимірювань магнітних властивостей процесів адсорбції-десорбції агентів матеріалами носія і фіксатора зразка і, тим самим, значно знизити похибку нуля вимірювального перетворювача пристрою.

Шоста додаткова відмінність полягає в тому, що пристрій додатково обладнаний третім автогенератором коливань і комутатором, п'єзоелектричний резонатор із фіксатором зразка, який включений у схему цього автогенератора, розташований у випробувальній камері за межами міжполюсного зазору і кожний з автогенераторів зв'язаний за диференційною схемою з опорним автогенератором через комутатор. Це дозволяє розширити функціональні можливості пристрою і значно прискорити процедуру визначення питомих магнітних властивостей магнетиків

Короткий опис креслень

Далі суть винаходу пояснюється докладним описом конструкції і роботи запропонованого пристрою з посиланнями на креслення і графік, що додаються, де зображені на:

фіг.1 - схема першого, найбільш простого варіанту пристрою для визначення властивостей магнітних матеріалів;

фіг.2 - схематичне зображення носія з фіксатором досліджуваного зразка у вигляді п'єзокварцового резонатора АТ-зрізу з клейким шаром на його вільній поверхні в області концентрації коливальної енергії;

фіг.3 - схема пристрою для визначення властивостей магнітних матеріалів у другій, частковій формі здійснення винахідницького задуму, що додатково передбачає опорний автогенератор коливань і формувач сигналу різницевої частоти;

фіг.4 - схематичне зображення варіанту пристрою для визначення властивостей магнітних матеріалів, що додатково передбачає третій автогенератор коливань і комутатор;

фіг.5 - графік залежності перетвореної сили взаємодії($\Delta f_{c(n)}$, Гц) зразка мікропорошка ферромагнетика(сплаву залізо-неодим-бор) з неоднорідним магнітним полем від маси цього зразка($\Delta f_{...}$, кГц).

Найкращі варіанти утілення винаходу

Запропонований пристрій для визначення властивостей магнітних матеріалів в одній із найбільш простих форм здійснення винахідницького задуму(див. фіг.1) має:

магніт 1(наприклад, постійний) із міжполюсним зазором, що у найпростішому випадку може бути

виконаний у формі литого ярма з піджогого магнітного сплаву;

профільні наконечники 2 і 3, які закріплені на полюсах магніту 1 і виконані, наприклад, з армо- або електролітичного заліза;

випробувальну камеру 4, яка розташована в робочому положенні між профільними наконечниками 2 і 3 і виконана з немагнітопровідного матеріалу, наприклад, тефлону;

систему термостатування камери 4, що у найпростішому випадку може мати вигляд сорочки 5, що розташована з зовнішньої сторони випробувальної камери 4 і що з'єднана патрубками з повітряним або водяним термостатом;

носій 6 у вигляді п'єзоелектричного резонатора з розташованим на його вільній поверхні фіксатором 7 досліджуваного зразка 8, що розміщений у камері 4 симетрично профільним наконечникам 2 і 3;

перетворювач 9 сили взаємодії зразка 8 із магнітним полем у величину, що вимірюється, який виконаний у вигляді автогенератора коливач з п'єзоелектричною стабілізацією, в якому роль елемента, що задає частоту, виконує п'єзоелектричний резонатор - носій 6 зразка 8;

засіб виміру 10 перетвореної сили взаємодії зразка 8 із магнітним полем у вигляді, наприклад, електронно-рахункового частотоміра.

Для зручності маніпулювання носієм 6 із зразком 8 відносно магнітного поля камеру 4 із сорочкою 5 бажано розташовувати на координатному столі 11. Там же доцільно розміщувати й автогенератор 9.

Доцільно щоб сорочка 5 мала вікна (показані, але не позначені особливо на фіг.1) у зоні дії на зразок 8 магнітного поля.

Для введення - виведення агентів випробувальна камера 4 може бути обладнана патрубками (як показано на цій фігурі). При необхідності один або обидва патрубки можуть бути з'єднані із системою відкачки для вакуумування порожнини камери 4.

Носій 6 - п'єзоелектричний резонатор, який розташований в випробувальній камері 4, доцільно включати в схему автогенератора 9 через гермовивід 12.

У якості датчика температури (на фіг.1 не показаний), який розташований у порожнині випробувальної камери 4 і керує термостатом, можуть бути використані будь-які відомі засоби виміру температури. Вони можуть бути без додаткового винахідництва обрані фахівцями з урахуванням необхідної чутливості, точності вимірювань і інерційності спрацьовування.

Описані приклади не вичерпують усіх можливостей практичного утілення винахідницького задуму. Так, для підвищення чутливості і температурної стабільності пристрою носій 6 зразка 8 доцільно виконувати у вигляді спеціально розгерметизованого п'єзокварцового резонатора АТ-зрізу з коливаннями зсуву по товщині в діапазоні частот від 5 до 20 МГц. З числа височастотних п'єзокварцових резонаторів АТ-зрізу рекомендується переважно використовувати резонатори з золотими електродами збудження, бо в цьому випадку практично цілком виключається вплив процесів корозії електродів на результати вимірювань магнітних властивостей магнетиків.

Для п'єзоелектричних резонаторів взагалі і п'єзокварцових резонаторів зокрема є характерною наявність на вільній поверхні так званої області концентрації коливальної енергії. Ця область поверхні п'єзоелектричного резонатора найбільш чутлива до впливів. Тому фіксатор із досліджуваним зразком доцільно розташовувати на вільній поверхні п'єзоелектричного резонатора саме в цій області. Приміром, для п'єзокварцових резонаторів АТ-зрізу область концентрації коливальної енергії припадає на центральну частину поверхні резонатора [див., наприклад, Lee P. C., Spencer W. J. Shear flexure-twist vibrations in rectangular AT-cut quartz plates with partial electrodes. - "Journ. Acoust. Soc. of America", 1968, vol. 45, №3, p. 637-645], тому фіксатор 7 (див. фіг.2) зразка 8, бажано, розташовувати в центрі щонайменше однієї з вільних плоских поверхонь такого резонатора 6. При цьому фіксатор 7 може бути виконаний, наприклад, у вигляді тонкого клейкого шару нелеткої речовини. Такою речовиною може зокрема служити вакуумне мастило типу Arjepzon -Fett M. Товщину клейкого шару - фіксатора 7 бажано обирати меншою за поперечний розмір частки досліджуваного мікропорошку магнетика 8.

У більш складній формі здійснення винахідницького задуму (див. фіг.3) випробувальна камера 4 пристрою, що заявляється, виступає за межі міжполюсного зазору. Пристрій додатково обладнаний другим, опорним автогенератором коливач 13 і формувачем сигналу різницевої частоти 14. Включений у схему опорного автогенератора 13 п'єзоелектричний резонатор 15 із фіксатором 16 (без зразка) розташований у випробувальній камері 4 за межами міжполюсного зазору. Автогенератор коливач 9 і опорний автогенератор коливач 13 зв'язані між собою за диференційною схемою за допомогою формувача сигналу різницевої частоти 14, який, у свою чергу, зв'язаний із засобом виміру 10. П'єзоелектричний резонатор 15 доцільно включати до схеми опорного автогенератора 13 через гермовивід 17.

У формі виконання, що показана на фіг.4, пристрій для визначення властивостей магнітних матеріалів додатково має третій автогенератор коливач 18 із п'єзоелектричною стабілізацією і комутатор 19. П'єзоелектричний резонатор 20 із фіксатором 21 зразка 22, який включений до схеми автогенератора 18, розташований у випробувальній камері 4 за межами міжполюсного зазору. Автогенератор 9 і автогенератор 18 через комутатор 19 поперемінно зв'язані за диференційною схемою з опорним автогенератором 13, а формувач сигналу різницевої частоти 14 зв'язаний із засобом виміру 10. П'єзоелектричний резонатор 20 рекомендується включати до схеми автогенератора 18 через гермовивід 23.

Природно, що описані раніше в прикладах і зазначені вище часткові варіанти виконання окремих вузлів пристрою для визначення властивостей магнітних матеріалів можуть бути використані в довільних комбінаціях, що відповідають загальному винахідницькому задуму відповідно до п.1 формули винаходу.

Описаний пристрій використовують для визначення властивостей магнітних матеріалів у такий спосіб(у якості носія досліджуваного зразка обраний височастотний(10МГц) п'єзокварцовий резонатор АТ-зрізу, а в якості фіксатора зразка - клейкий шар вакуумного мастила типу Ariezon -Fett M).

Перед визначенням властивостей мікропорошків магнітних матеріалів щонайменше на одну з вільних поверхонь п'єзокварцового резонатора 6 (див., наприклад, фіг.2), в області концентрації його коливальної енергії(у центральній частині) наносять рівномірним тонким шаром площею S фіксатор 7 у вигляді клейкого шару вакуумного мастила. Потім включають п'єзокварцовий резонатор 6 із нанесеним на нього клейким шаром фіксатора 7 до схеми автогенератора коливань із п'єзоелектричною стабілізацією. Для цього може бути використаний автогенератор 9(фіг.1) пристрою, який для зручності обладнаний ще одним технологічним рознімом для підключення п'єзокварцового резонатора, що розташований за межами випробувальної камери 4. Цей автогенератор підключають до засобу виміру частоти(наприклад, електронно-рахункового частотоміра) і вимірюють частоту п'єзокварцового резонатора 6(див.,наприклад, фіг.2) із нанесеним на його поверхню шаром 7. У порівнянні з вихідною частотою(f) чистого п'єзокварцового резонатора частота п'єзокварцового резонатора з нанесеним шаром фіксатора(f_{ϕ}) зменшується. Масу клейкого шару па поверхні S п'єзокварцового резонатора, яку він займає, розраховують по модифікованому(з урахуванням застосування шару фіксатора) рівнянню Зауербрея(див. посилання на с. 6):

$$-\Delta f_{\phi} = C_1 - \Delta m_{\phi}/S_{\phi},$$

де $\Delta f_{\phi} = f_{\phi} - f$ - зміна частоти п'єзокварцового резонатора, яка обумовлена наявністю на його поверхні клейкого шару фіксатора;

C_1 - відомий із довідників коефіцієнт, що залежить від властивостей конкретного п'єзокварцового резонатора;

Δm_{ϕ} - маса клейкого шару і

S_{ϕ} - площа, яку займає цей шар.

Після цього п'єзокварцовий резонатор 6 із клейким шаром 7 відключають від автогенератора. На поверхні клейкого шару 7(фіг.2) розміщують зразок 8 завідомо кондиційного мікропорошку феромагнетика відомої маси. Легким прижимом фіксують зразок 8 на поверхні шару 7. Знову включають п'єзокварцовий резонатор 6 із нанесеним на нього клейким шаром 7 і зафіксованим на цьому шарі зразком 8 до схеми автогенератора, а автогенератор підключають до засобу виміру частоти. Визначають зміну частоти($-\Delta f_m$, кГц) п'єзокварцового резонатора 6(фіг.2), яка обумовлена наявністю на поверхні фіксатора 7 зразка 8 феромагнетика відомої маси.

Відключають п'єзокварцовий резонатор із фіксатором і зразком на його поверхні від автогенератора, вносять його до випробувальної камери 4(фіг.1) і через гермовивід 12 підключають до автогенератора 9. Переміщенням координатного столу 11 орієнтують п'єзокварцовий резонатор 6 відносно міжполюсного зазору таким чином, щоб область концентрації коливальної енергії резонатора 6, де закріплений фіксатор 7 із зразком 8, розташовувалася симетрично профільним наконечникам 2 і 3(в області ізодинамічності неоднорідного магнітного поля).

Автогенератор 9 підключають до засобу виміру 10(частотоміра), і визначають зміну частоти($-\Delta f_{C(H)}$, Гц) п'єзокварцового резонатора 6, яка обумовлена силою взаємодії зразка 8 феромагнетика відомої маси з неоднорідним магнітним полем.

Описані процедуру визначення зміни частоти п'єзокварцового резонатора від маси зразка феромагнетика, що закріплений на шарі фіксатора, і процедуру визначення зміни частот цього резонатора в неоднорідному магнітному полі повторюють для серії зразків феромагнетиків того ж складу, але відмінних між собою і від першого, досліджуваного зразка за масою. За отриманими даними будують графік у координатах: перетворена сила взаємодії зразка феромагнетика з неоднорідним магнітним полем($-\Delta f_{C(H)}$, Гц) - перетворена маса зразка феромагнетика($-\Delta f_{m, \dots}$, кГц).

Типовий приклад такої залежності, яка отримана для зразків феромагнетика системи залізо-неодим-бор, наведена на фіг.5. Значення($-\Delta f_{C(H)}$, Гц), що наведені на цьому графіку, отримані при кімнатній температурі шляхом вимірювання перетвореної сили взаємодії різних за масою зразків мікропорошку феромагнетика з неоднорідним магнітним полем напруженістю 1,8кЕ. Значення частоти 2,00кГц на осі абсцис відповідає масі зразка феромагнетика $2 \cdot 10^{-7}$ грама.

Отриману для кожного конкретного феромагнетика залежність($-\Delta f_{C(H)}$) від($-\Delta f_m$) використовують надалі для оцінки якості мікропорошків відповідних феромагнетиків перед виготовленням із них постійних магнітів. Припустимі відхилення від норми(установлених значень($-\Delta f_{C(H)}$)) для кожного конкретного складу феромагнетика визначають експериментально.

Для прогнозу змін у часі магнітних властивостей мікропорошків феромагнетиків у різних середовищах використовують варіант конструкції пристрою, що представлений на фіг.3.

На поверхню п'єзокварцового резонатора 6(фіг.3) наносять за вищеписаною методикою клейкий шар фіксатора 7 і зразок мікропорошку феромагнетика 8. На поверхню ж п'єзокварцового резонатора 15 наносять тільки клейкий шар фіксатора 16. При цьому маси клейких шарів фіксаторів 7 і 16 і площі на поверхнях п'єзокварцових резонаторів 6 і 15, що вони займають, повинні бути однакові.

П'єзокварцовий резонатор 6 із клейким шаром фіксатора 7 і зафіксованим на цьому шарі зразком 8 феромагнетика відомої початкової маси розташовують у випробувальній камері 4 між профільними наконечниками 2 і 3. П'єзокварцовий же резонатор 15 із клейким шаром фіксатора 16 розташовують у камері 4 за межами міжполюсного зазору.

Кожний із резонаторів 6 і 15 підключають до відповідного автогенератора(9 і 13) і обидва ці автогенератори за допомогою формувача 14 сигналу різницевої частоти зв'язують за диференційною

схемою. Формувач 14 підключають до засобу виміру 10 частоти.

Газоподібний агент, що заповнює випробувальну камеру 4 або що циркулює в ній, однаково адсорбується клейкими шарами фіксаторів 7 і 16, що нанесені відповідно на п'єзокварцові резонатори 6 і 15. Величини впливів на п'єзокварцові резонатори 6 і 15, що вимірюються, надходять на формувач 14 сигналу різницевої частоти (після автогенераторів 9 і 13) із протилежними знаками. Тому ефекти, що пов'язані з адсорбцією газоподібного агента клейкими шарами фіксаторів 7 і 16, взаємно компенсуються і засіб виміру 10 фіксує тільки зміни частоти п'єзокварцового резонатора 6, що обумовлені втратою з часом магнітних властивостей зразку 8 феромагнетика внаслідок, наприклад, його корозії в середовищі газоподібного агента.

Після закінчення вимірів магнітних властивостей феромагнетика 8 у середовищі газоподібного агента п'єзокварцовий резонатор 6 виводять з-під впливу магнітного поля. Визначають кінцеву масу дослідженого зразка цього феромагнетика. Зміни з часом магнітних властивостей зразка 8 співвідносять із змінами його маси за час експерименту.

При використанні конструкції пристрою, що зображена на фіг.4, на поверхню всіх трьох п'єзокварцових резонаторів (поз. 6, 15 і 20) наносять однакові за масою і за площею, що вони займають, клейкі шари фіксаторів (7, 16 і 21 відповідно). На поверхнях шарів фіксаторів 7 і 21, що розташовані відповідно на п'єзокварцових резонаторах 6 і 20, фіксують однакові за масою зразки 8 і 22 феромагнетиків. Всі три п'єзокварцові резонатори (6, 15 і 20) розміщують у випробувальній камері 4. При цьому п'єзокварцовий резонатор 6 із клейким шаром фіксатора 7 і зафіксованим на цьому шарі зразком 8 феромагнетика розташовують між профільними наконечниками 2 і 3. Інші п'єзокварцові резонатори (15 - із клейким шаром фіксатора 16 і 20 - із клейким шаром фіксатора 21 і зафіксованим на цьому шарі зразком 22 феромагнетика) розташовують за межами міжполюсного зазору, як показано на фіг.4.

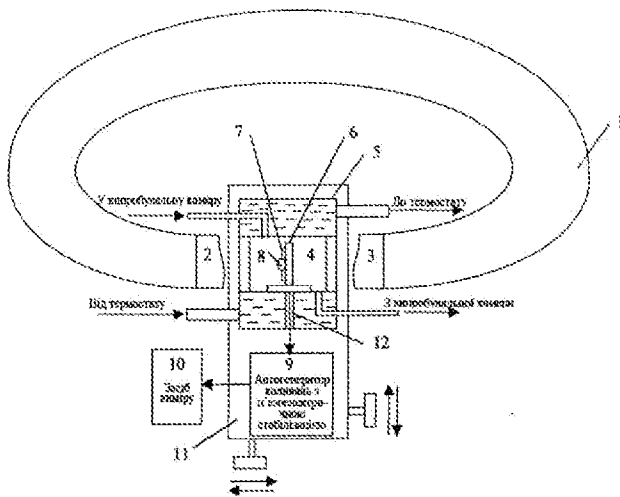
Кожний із п'єзокварцових резонаторів 6, 15 і 20 підключають до відповідного автогенератора (9, 13 і 18). Автогенератор 9 і автогенератор 18 поперемінно, через комутатор 19, зв'язують за диференційною схемою (за допомогою формувача 14 сигналу різницевої частоти) з опорним автогенератором 13. Формувач 14 сигналу різницевої частоти підключають до засобу виміру 10 частоти.

Газоподібний агент, яким заповнена випробувальна камера 4, однаково адсорбується всіма трьома клейкими шарами 7, 16 і 21, що розташовані відповідно на п'єзокварцових резонаторах 6, 15 і 20. Газоподібний агент також однаково впливає і на зразки 8 і 22 феромагнетика, які зафіксовані на клейких шарах 7 і 21. Тому включені за диференційною схемою автогенератори 18 і 13 будуть видавати на виході формувача 14 сигнал різницевої частоти, що відповідає тільки зміні з часом маси зразка 22 феромагнетика. Включені ж за диференційною схемою автогенератори 9 і 13 будуть видавати на виході того ж формувача 14 сигнал різницевої частоти, що відповідає тільки зміні з часом магнітних властивостей зразка 8 феромагнетика.

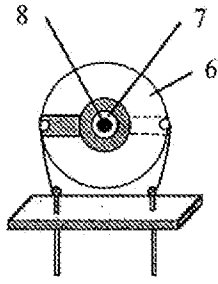
Таким чином, послідовно (через певні проміжки часу) включаючи за диференційною схемою, через комутатор 19 різні пари автогенераторів (9 - 13 або 18 - 13), одержують залежність у координатах: зміна магнітних властивостей зразка феромагнетика - зміна маси цього зразка феромагнетика унаслідок взаємодії з газоподібним агентом.

Пристрій, що заявляється, може бути також використаний для визначення магнітних властивостей магнетиків іншої фізичної природи (діа-, пара- або ферімагнетиків).

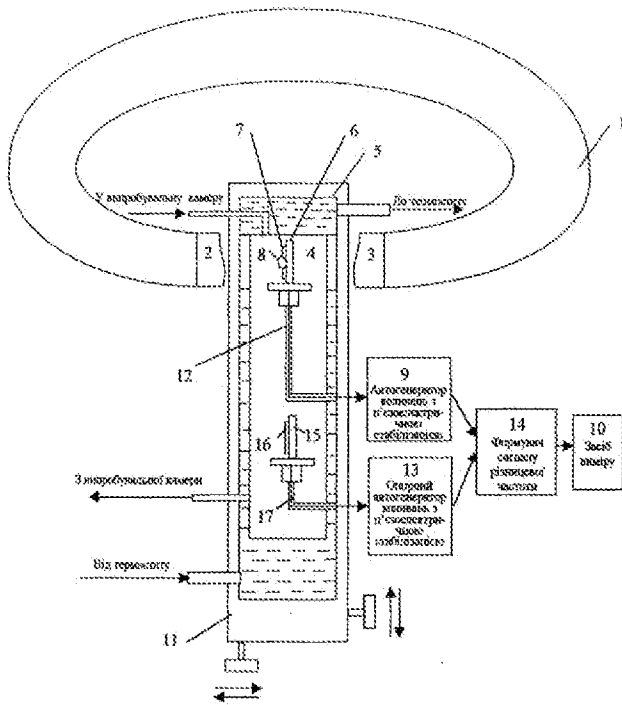
Пристрій, що запропоновано, легко може бути відтворений промисловим шляхом і забезпечує надійне визначення властивостей магнітних матеріалів при масі зразків аж до $1 \cdot 10^{-10}$ грама.



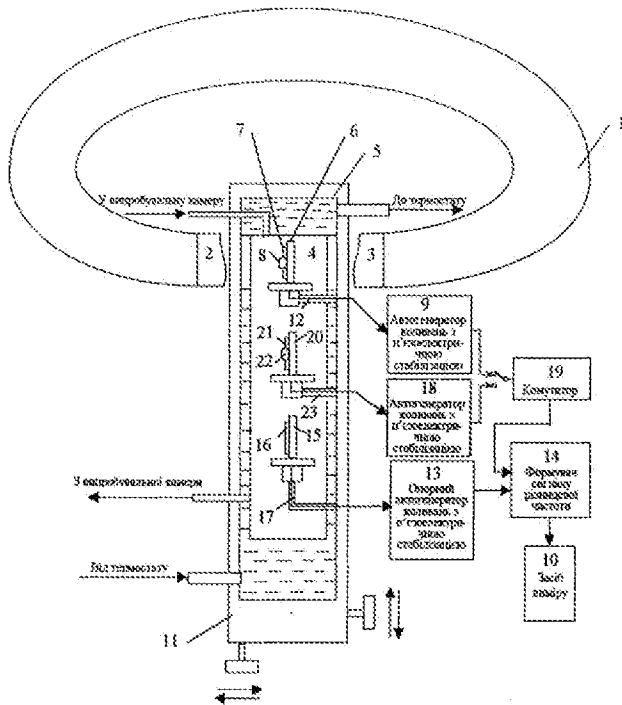
Фіг. 4



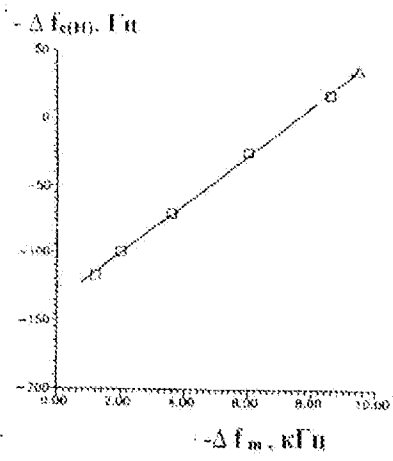
Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5